

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54—43179

⑬Int. Cl.<sup>2</sup>  
B 01 D 53/02

識別記号 ⑭日本分類  
1 0 1 13(7) B 62

庁内整理番号 ⑮公開 昭和54年(1979)4月5日  
6675—4D

発明の数 1  
審査請求 有

(全 5 頁)

⑯吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分離  
法における吸着剤再生方法

⑰発明者 藤原竜義

札幌市白石区菊水五条2丁目29  
番地 株式会社ほくさん ほく  
さん研究所内

⑱特願 昭52—109626

⑲出願 昭52(1977)9月12日

⑳発明者 大久保民生  
札幌市白石区菊水五条2丁目29  
番地 株式会社ほくさん ほく  
さん研究所内

㉑出願人 株式会社ほくさん

札幌市中央区北三条西1丁目2  
番地

㉒代理人 弁理士 斎藤義雄

明細書

1 発明の名称 吸着剤による混合ガスの圧力  
変動式吸着分離法における吸  
着剤再生方法

ガスを一部入力側より排気する第1段バージ  
工程と、同吸着塔の出力側へ他吸着塔から生成  
ガスを供給して、同吸着塔の吸着剤空孔内吸着  
成分の脱着と、上記第1段バージ工程後も残留  
する吸着剤間隙中の吸着成分に富んだガスとを  
排気する第2段バージ工程とによるバージによ  
つて前記再生を行なうようにしたことを特徴と  
する吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分  
離法における吸着剤再生方法。

2 特許請求の範囲

3 発明の詳細な説明

ゼオライトなどの吸着剤を収納した吸着塔を  
複数塔用意し、これら吸着塔に対し原料混合ガ  
スを入力側から常圧以上に加圧供給した後、各  
吸着塔毎に位相をずらせて所定の塔内圧力変動  
を伴うサイクルにより、上記混合ガス中の吸着  
成分を吸着剤に吸着し、非吸着成分を生成ガス  
として出力側から吐出するようにした吸着剤に  
よる混合ガスの圧力変動式吸着分離法において、  
吸着成分を吸着した吸着剤の再生にあたり、当  
該吸着塔の入力側から最低圧力となるまで向流  
減圧を行なつて、同塔内の吸着成分に富んだガ  
スを排気した後、同吸着塔の出力側へ他吸着塔  
から前記生成ガスよりも純度が低く原料混合ガ  
スよりも純度の高い成分ガスを供給して、同吸  
着塔の吸着剤間隙中に残留する吸着成分に富ん

本発明は例えゼオライト等の吸着剤を収納  
した複数の吸着塔を用いて、これに空気などの  
原料混合ガスを供給し、所定の塔内圧変動を伴  
うサイクルによつて吸着剤に窒素等の吸着成分  
を吸着することにより、酸素等の非吸着成分を  
吸着塔の出力側から分離吐出させるようにした  
既知の混合ガス吸着分離法に関し、特に同法サ  
イクル中吸着成分を吸着した吸着剤の再成方法  
に係るものである。

従来この種の再生手段としては、当該吸着塔

特開昭54-43179(2)

の入力側から最低圧力となるまで同塔内のガスを排気する所謂向流減圧（原料混合ガスの供給方向とは逆方向へ排気する。）を行なつて、吸着成分に富んだ上記ガスを外部へ放出した後、バージ工程を実施するのであるが、同工程では同吸着塔の出力側に対し、他吸着剤で生成された高価な生成ガスを供給するようしている。

従つて同法によれば上記の生成ガスを用いることによつて、まだ吸着剤間隙に残留している吸着成分に富んだガスを外部に排出させ、更に吸着剤空孔内の吸着成分を脱着するという両方の動きをさせていくことになり、この結果折角生成された貴重な生成ガスが、吸着剤再生のため可成り多量放出消費されてしまうこととなり、ために酸素等生成ガスの回収効率が悪いものとなつている。

そこでこのような点に着目して研究の結果、前記した吸着剤間隙に残留する吸着成分の排気には、純度の高い生成ガスを使用せず、これより純度の低いガスを用いても原料混合ガスより

も吸着成分が少いものであれば同等の排気効果が得られることを確認することができたのであり、従つてこの排気に消費される生成ガスと吸着剤空孔内の吸着成分を脱着するのに必要な生成ガスとの耗量を消費していく従来法では如何に多量の生成ガスが無駄に用いられていたかを知ることができる。

本発明は上記の着眼点に鑑みられたものでバージ工程を生成ガスによる一段のバージによつて完結させることなく、一段吸着塔の出力側（吐出側）へ、他吸着塔から生成ガスよりも純度が低く（例えば酸素の含有率が低い。）原料混合ガスよりも純度の高い（例えば空气中から一部の酸素が除かれている。）成分ガスを供給して、一段吸着塔の吸着剤間隙中に残留する吸着成分に富んだガスを一部入力側（供給側）より排気するようにした第1段バージ工程と、一段吸着塔の出力側へ他吸着塔から今度は生成ガスを供給して、一段吸着塔の吸着剤空孔内吸着成分の脱着と、上記第1段バージ工程後も残留する吸着剤間隙

中の吸着成分に富んだガスとを排気する第2段バージ工程とによつて当該吸着剤の再成を行なうようになしたものである。

本発明を更に第1図に示した4塔式の吸着分離装置を用いて行なう分離方法に採用した実施例により詳記すれば同図のA、B、C、Dはゼオライト等の吸着剤を収納した吸着塔で、その入力側には図示しないコンプレッサなどにより原料混合ガス（空気等）が、供給調整弁V<sub>1</sub>を介して供給マニホールドM<sub>1</sub>へ供給され、更にM<sub>1</sub>から夫々分岐する供給開閉弁V<sub>A1</sub>、V<sub>B1</sub>、V<sub>C1</sub>、V<sub>D1</sub>を通して各塔に加圧供給されるようになつてゐると共に、同上入力側は夫々の排気開閉弁V<sub>A2</sub>、V<sub>B2</sub>、V<sub>C2</sub>、V<sub>D2</sub>を介して排気マニホールドM<sub>2</sub>に連通し、同M<sub>2</sub>の端末は排気調整弁V<sub>2</sub>を通して外気へ開放されている。

次に同装置の出力側は、吸着塔A、B、C、Dの夫々に連結した吐出開閉弁V<sub>A3</sub>、V<sub>B3</sub>、V<sub>C3</sub>、V<sub>D3</sub>が吐出マニホールドM<sub>3</sub>に連通し、同M<sub>3</sub>の先端は吐出調整弁V<sub>3</sub>を介して図示しない需要箇所に連

結されるようになつてゐると共に、吸着塔A、B間に設けた第1段開閉弁V<sub>A4</sub>、V<sub>B4</sub>間と、吸着塔C、D間に第1段開閉弁V<sub>C4</sub>、V<sub>D4</sub>間とに、第1段調整弁V<sub>4</sub>を連結した第1段バージ用マニホールドM<sub>4</sub>が設けられている。

更に同出力側には吸着塔A、B間に設けた再加圧開閉弁V<sub>A5</sub>、V<sub>B5</sub>間と、吸着塔C、D間に再加圧開閉弁V<sub>C5</sub>、V<sub>D5</sub>間とに、再加圧開閉弁V<sub>N</sub>と再加圧調整弁V<sub>S</sub>とを直列に連結した再加圧用マニホールドM<sub>5</sub>を設け、又更に吸着塔A、B間と、C、D間とには夫々第2段開閉弁V<sub>P1</sub>、V<sub>P2</sub>と第2段調整弁V<sub>6</sub>、V<sub>7</sub>が直列に連結されてゐる。

そこで上記装置による生成ガスの吐出サイクルにつき、第2図を参照して吸着塔Aに着目した各ステップ（全16ステップ）の工程内容を説示すれば、

#### （第1、第2ステップ）

こゝでは吸着塔Aへ原料混合ガスが供給調整弁V<sub>1</sub>、供給マニホールドM<sub>1</sub>、供給開閉弁V<sub>A1</sub>を

介して入力側から供給加圧され続け、各ステップは所定経時(20秒)で、最高圧(2.0 kPa/cm<sup>2</sup>)の圧力値を保つたまゝ、その出力側より吐出開閉弁VA3-吐出マニホールドM<sub>3</sub>-吐出調整弁V<sub>3</sub>を経て生成ガスが吐出されると共に、この生成ガスは一部予め第1再加圧の吸着塔Dへ、再加圧開閉弁VA5-再加圧開閉弁V<sub>5</sub>-再加圧調整弁V<sub>5</sub>-再加圧開閉弁VD5を経てその出力側より送り込まれ、当該吸着塔Dは生成ガスによつて最高圧になるよう第2再加圧、第3再加圧される。

## (第3ステップ)

供給開閉弁VA1を閉じて吸着塔Aへの原料混合ガス供給も、又吐出開閉弁VA3を閉じて生成ガスの吐出をも止め、吸着塔Aの出力側を第1段開閉弁VA4-第1段バージ用マニホールドM<sub>4</sub>の第1段調整弁V<sub>4</sub>-第1段開閉弁V04を経て吸着塔Dの入力側と連通させることにより、第2ステップで減圧された同塔Dに対し吸着塔Aの並流減圧分ガス(原料混合ガスの供給方向と順

Aの向流減圧分のガスである原料混合ガスと同等成分か、僅かに吸着成分に富んだガスにより最初の加圧を受ける。(圧力値0.6 kPa/cm<sup>2</sup>)

## (第6ステップ)

次にこのステップで吸着塔AはVA2-排気調整弁V<sub>2</sub>の開放により最低圧(0.4 kPa/cm<sup>2</sup>)になる20秒間で、外部へ向流減圧による吸着成分に富んだガスを排気することになる。(0.4 kPa/cm<sup>2</sup>)

## (第7ステップ)

こゝで本発明にかかる第1段バージを行なうことになるが、吸着塔Aは最低圧力であり、吸着塔Dの出力側-VD4-V<sub>4</sub>-VA4-吸着塔A-VA2-V<sub>2</sub>の経路によつて、最高圧力或いは僅かにそれより低い圧力をもつ吸着塔Dの生成ガスよりも純度が低く原料混合ガスよりも純度の高いガスが吸着塔Aの出力側より流入し、同塔Aの入力側から排気されることにより、吸着塔Dは向流減圧、吸着塔Aは第1段バージを受けることになり、これによつて同塔Aにおいて第6ステップの向流減圧後も依然として吸着剤間隙

特開昭54-43179(3)  
方向への減圧)である生成ガスよりも純度の低いが少くとも原料混合ガスより純度の高いガスが送り込まれて第1段バージが行なわれるが、当該バージについては第7ステップにおいて詳記する。そしてこゝでは10秒の経時で吸着塔Aの内圧は1.5 kPa/cm<sup>2</sup>の圧力値となる。

## (第4ステップ)

吸着塔Aの出力側-VA5-VB5-吸着塔Bの出力側が開通し、10秒間で吸着塔Bは吸着塔Aの並流減圧分のガスで加圧され、両塔間で夫々減圧均等化、加圧均等化が行なわれ、このときの圧力値は1.2 kPa/cm<sup>2</sup>に低下する。

## (第5ステップ)

今度は吸着塔Aの入力側における排気開閉弁VA2と同開閉弁V02とが開放されて、排気マニホールドM<sub>2</sub>を通じて第4ステップで第2段バージ(第8ステップで詳細後述)を受け最低の内圧乃至はそれより僅かに高い圧力になつてゐる吸着塔Dとの間で夫々減圧均等化、加圧均等化が行なわれ、この間20秒で吸着塔Dは吸着塔

中に残留していた吸着成分に富んだガスの一部が排気される。(10秒、圧力値0.2 kPa/cm<sup>2</sup>以下)

## (第8ステップ)

吸着塔Aは最低圧力か、それより僅かに高い圧力にあり、この吸着塔Aに対し、吸着塔Bの出力側-V<sub>6</sub>-VP1を介して同塔Bの生成ガスが供与され、このときVA2、V<sub>2</sub>は開いているので、吸着塔Bからの生成ガスによつて吸着塔Aは本発明に係る第2段バージを受け、この結果吸着剤空孔内の吸着成分が脱着されると共に、吸着剤間隙中に依然として残留していた吸着成分に富んだガスが排気され、同塔Aの再生が同ステップで完了する。(10秒、圧力値0.2 kPa/cm<sup>2</sup>以下)

## (第9ステップ)

吸着塔Aは吸着塔DとVA2、VD2により入力側が連通し、吸着塔Dからの原料混合ガスと同等或いは僅かに吸着成分に富んだガスにより、排気マニホールドM<sub>2</sub>を介して最低圧力或いはそれより僅かに高い圧力にあつて同塔Aは最初の加圧を受け、両塔の圧力均等化が行なわれる。

特開昭54-43179 (4)

(20秒、圧力値 0.6 kPa/d)

(第10ステップ)

ここで吸着塔Aが装置の系から離され、第9ステップ完了の状態を保持する。(20秒)

(第11ステップ)

吸着塔Aは吸着塔Dの出力側 - VC5-V<sub>s</sub>-VN-V<sub>A5</sub>を介して、同塔Dからの生成ガスにより第1次再加圧を受ける。(10秒、圧力値 0.9 kPa/d)

(第12ステップ)

吸着塔Aは吸着塔Bの出力側 - VB5-V<sub>A5</sub>を介して同出力側が連通し、同塔Bからの並流減圧分のガスにより加圧を受ける圧力均等化が、ここで行なわれる。(10秒、圧力値 1.2 kPa/d)

(第13、第14ステップ)

吸着塔Aは吸着塔Dからの生成ガスを VD5-V<sub>s</sub>-VN-V<sub>A5</sub>の経路で受けることにより、夫々のステップで第2次、第3次再加圧され、この結果第13ステップでは圧力値 1.6 kPa/dそして第14ステップが終了して同塔Aは生成ガスにより最高圧(2 kPa/d)に加圧されることになる。

(第15ステップ)

吸着塔Aは前ステップの第3再加圧後、VA1の開放によりV<sub>s</sub>より原料混合ガスの供給を受けた最高圧(2 kPa/d)を保持しながら、VA3の開放によつて吐出マニホールド M-V<sub>s</sub>を経て生成ガスを吐出すると共に、同ガスの一部はVA5-VN-V<sub>s</sub>-VD5を介して吸着塔Dの第1再加圧を行なう。

(第16ステップ)

吸着塔Aは依然として原料混合ガスの供給を続行される吸着状態にあつて、V<sub>s</sub>からの生成ガス吐出を行ない、同ガスの一部は吸着塔Bへ VP1-V<sub>s</sub>を介して送り込むことにより、第1段バージを完了した同塔Bへ第2段バージを行なう。

そして次に前記第1ステップに戻り、順次既述動作が繰返され、詳記しない吸着塔B、C、Dでも位相がずれるだけで同一操作が繰返され、この結果V<sub>s</sub>からは連続的に生成ガスが得られることになる。

そして実際に前記工程中第7ステップの如く並流減圧 - 第1段バージを行なうステップにあつては、第1段バージを受ける吸着塔の入力側から排気されるガスの濃度を検出し、この濃度が吸着成分に富んだ濃度から、原料混合ガスの濃度に若干近づいたときに、第1段バージの動作を止めるのであり、このときの吸着塔内圧が前記した如き圧力値となるのである。又ここで圧力調整器V<sub>s</sub>の役割は、これを手動調整することにより、第1段バージを受ける吸着塔の圧力が上昇しないようにすることである。更に又圧力調整器V<sub>s</sub>の役割は再加圧の程度を調整するためのもので、第2段バージの工程にあつては、当該吸着塔の入力側における排気ガスの濃度が原料混合ガスの濃度と同等となるようV<sub>s</sub>、V<sub>t</sub>が調整され、各ステップの時間は各々の吸着塔が所定の圧力値を示しながら所要の動作を完了できるように決定される。

そして上記第1段バージのステップは、当該吸着塔の入力側からの排気ガス濃度が、原料混

合ガスの濃度に若干近づいた時点までの時間により決定され、第2段バージのステップは、当該吸着塔の入力側からの排気ガス濃度が、原料混合ガスの濃度と同等のものとなるまでの時間により決定されるのである。

本発明では上記のように減圧ステップ終了後のバージを第1段と第2段とによつて行なうようにし、前者には純度の低いガスを用い、後者ではじめて生成ガスを用いるようにしたために従来法によるバージの場合に比し生成ガスの使用量が半分以下となり、しかもその再生能力に全く遜色がないのであつて、その吐出量を比較したとき従来法よりも 10 Nm<sup>3</sup>/hr 程度増加し、回収効率では約12%と可成りの増収が見られた。

更にこれを実施する装置の面から考察してみても、減圧弁などの特殊な弁類を必要とせず、調整に手動弁のみで充分に行なうことができ、バージの調整も使用する弁が各々のバージ系統で2個使用を利用することになるため、微調整が可能となり、更にバージ時に使用するガス量

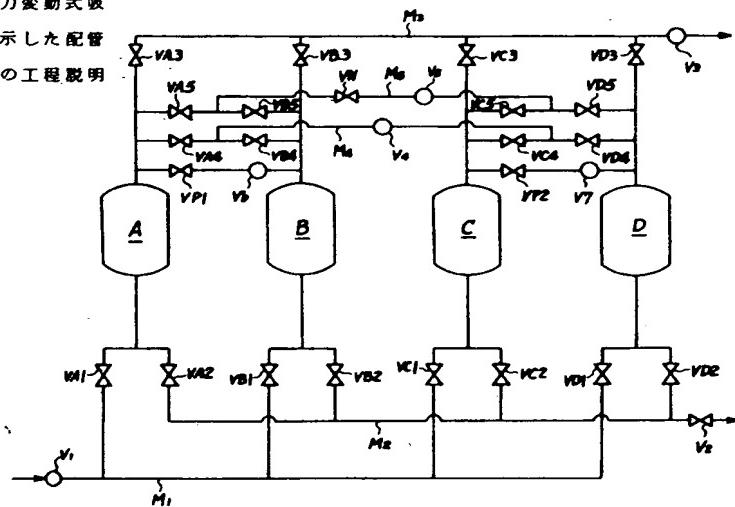
の無駄が省かれる利点がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を用いて行なう圧力変動式吸着分離法の実施に用い得る装置例を示した配管図、第2図は同装置による同分離法の工程説明図である。

特開 昭54-43179 (5)

第1図



第2図

スタート	終端(sec)	A段	B段	C段	D段
1	0-20	吸着吐出	加压昇圧II	減圧昇圧II	再圧正圧II
2	20-40	吸着吐出	隔離	減圧	再圧正圧
3	40-50	並進減圧	再圧正I	半導バージ	吸着吐出
4	50-60	減圧昇圧II	加压昇圧II	半導バージ	吸着吐出
5	60-80	減圧昇圧I	再圧正II	加压昇圧II	吸着吐出
6	80-100	減圧	再圧正II	隔離	吸着吐出
7	100-110	半導バージ	吸着吐出	再圧正I	並進減圧
8	110-120	半導バージ	吸着吐出	加压昇圧II	減圧昇圧II
9	120-140	加压昇圧II	吸着吐出	再圧正II	減圧昇圧II
10	140-160	隔離	吸着吐出	再圧正II	減圧
11	160-170	再圧正I	並進減圧	吸着吐出	半導バージ
12	170-180	加压昇圧II	減圧昇圧II	吸着吐出	半導バージ
13	180-200	再圧正II	減圧昇圧II	吸着吐出	加压昇圧II
14	200-220	再圧正II	減圧	吸着吐出	隔離
15	220-230	吸着吐出	半導バージ	並進減圧	再圧正I
16	230-240	吸着吐出	半導バージ	減圧昇圧II	加压昇圧II